

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-034859

(43)Date of publication of application : 07.02.2003

(51)Int.Cl.

C23C 14/06

B23B 27/14

B23C 5/16

C23C 14/34

(21)Application number : 2001-221773

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(22)Date of filing : 23.07.2001

(72)Inventor : YAMAMOTO KENJI  
SATO TOSHIKI**(54) HARD COATING FOR CUTTING TOOL, MANUFACTURING METHOD THEREFOR, AND TARGET FOR FORMING HARD COATING**

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a hard coating for a cutting tool superior to a TiAlN film in abrasion resistance.

SOLUTION: The hard coating is constituted by a compound expressed by  $(Alb, [Cr1-\alpha V\alpha]c)(C1-dNd)$ , where the symbols satisfy  $0.5 \leq b \leq 0.8$ ,  $0.2 \leq c \leq 0.5$ ,  $b+c=1$ ,  $0.05 \leq \alpha \leq 0.95$ , and  $0.5 \leq d \leq 1$ .

Alternatively, the hard coating is constituted by a compound expressed by  $(Ma, Alb, [Cr1-\alpha V\alpha]c)(C1-dNd)$ , where M is at least one selected from the group consisting of Ti, Nb, W, Ta and Mo, and other symbols satisfy  $0.02 \leq a \leq 0.3$ ,  $0.5 \leq b \leq 0.8$ ,  $0.05 \leq c$ ,  $a+b+c=1$ ,  $0.5 \leq d \leq 1$ , and  $0 \leq \alpha \leq 1$  ((a) indicates an atomic ratio of M). However, M and  $\alpha$  shall not be simultaneously Ti and zero respectively.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

22.10.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-34859

(P2003-34859A)

(43) 公開日 平成15年2月7日(2003.2.7)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	ターゲット*(参考)
C 2 3 C 14/06		C 2 3 C 14/06	H 3 C 0 4 6
B 2 3 B 27/14		B 2 3 B 27/14	A 4 K 0 2 9
B 2 3 C 5/16		B 2 3 C 5/16	
C 2 3 C 14/34		C 2 3 C 14/34	A

審査請求 未請求 請求項の数20 O L (全 19 頁)

(21) 出願番号	特願2001-221773(P2001-221773)	(71) 出願人	000001189 株式会社神戸製鋼所 兵庫県神戸市中央区臨浜町二丁目10番26号
(22) 出願日	平成13年7月23日(2001.7.23)	(72) 発明者	山本 兼司 神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内
		(72) 発明者	佐藤 俊樹 神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内
		(74) 代理人	100067828 弁理士 小谷 悦司 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 切削工具用硬質皮膜およびその製造方法並びに硬質皮膜形成用ターゲット

(57) 【要約】

【課題】 TiAlN膜よりも耐摩耗特性に優れた切削工具用硬質皮膜を提供する。

【解決手段】  $(Al_b, [Cr_{1-\alpha}V_\alpha]_c)(C_{1-d}Nd)$  からなる硬質皮膜であって、 $0.5 \leq b \leq 0.8$ 、 $0.2 \leq c \leq 0.5$ 、 $b+c=1$ 、 $0.05 \leq \alpha \leq 0.95$ 、 $0.5 \leq d \leq 1$  ( $b$ 、 $c$  はそれぞれ Al、Cr+V の原子比、 $d$  は N の原子比を示し、 $\alpha$  は V の原子比を示す。以下同じ) を満たすようにするか、または、 $(Ma, Al_b, [Cr_{1-\alpha}V_\alpha]_c)(C_{1-d}Nd)$  からなる硬質皮膜であって、 $M$  が、Ti、Nb、W、Ta および Mo よりなる群から選択される少なくとも1種であり、かつ、 $0.02 \leq a \leq 0.3$ 、 $0.5 \leq b \leq 0.8$ 、 $0.05 \leq c$ 、 $a+b+c=1$ 、 $0.5 \leq d \leq 1$ 、 $0 \leq \alpha \leq 1$  ( $a$  は M の原子比を示す) を満たすようにする。但し、 $M$  が Ti であって、かつ  $\alpha$  の値が 0 のものを除く。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】  $(Al_b, [Cr_{1-\alpha}V_\alpha]_c)$  (C  
1-dNd) からなる硬質皮膜であって、

0.5 ≤ b ≤ 0.8、

0.2 ≤ c ≤ 0.5、

b + c = 1、

0.05 ≤ α ≤ 0.95、

0.5 ≤ d ≤ 1

(b, c はそれぞれ Al, Cr + V の原子比、d は N の原子比を示し、α は V の原子比を示す。以下同じ) であることを特徴とする切削工具用硬質皮膜。

【請求項 2】  $(M_a, Al_b, [Cr_{1-\alpha}V_\alpha]_c)$

(C1-dNd) からなる硬質皮膜であって、M は、Ti、Nb、W、Ta および Mo よりなる群から選択される少なくとも 1 種であり、かつ、

0.02 ≤ a ≤ 0.3、

0.5 ≤ b ≤ 0.8、

0.05 ≤ c、

a + b + c = 1、

0.5 ≤ d ≤ 1、

0 ≤ α ≤ 1

(a, b, c はそれぞれ M, Al, Cr + V の原子比、d は N の原子比を示し、α は V の原子比を示す。以下同じ) であることを特徴とする切削工具用硬質皮膜。但し、M が Ti であって、かつ α の値が 0 の場合を除く。

【請求項 3】 前記 M が Ti である請求項 2 に記載の切削工具用硬質皮膜。

【請求項 4】 前記 d の値が 1 である請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の切削工具用硬質皮膜。

【請求項 5】 結晶構造が岩塩構造型を主体とするものである請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の切削工具用硬質皮膜。

【請求項 6】 請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の要件を満たし、且つ相互に異なる硬質皮膜が 2 層以上形成されていることを特徴とする切削工具用硬質皮膜。

【請求項 7】 請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の硬質皮膜の片面側または両面側に、岩塩構造型主体の結晶構造を有し、且つ前記硬質皮膜とは異なる成分組成である金属窒化物層、金属炭化物層および金属炭窒化物層よりなる群から選択される少なくとも 1 層が積層されていることを特徴とする切削工具用硬質皮膜。

【請求項 8】 請求項 1 ~ 7 のいずれかに記載の硬質皮膜の片面側または両面側に、4A 族、5A 族、6A 族、Al および Si よりなる群から選択される少なくとも 1 種の金属を含む金属層または合金層が 1 以上積層されていることを特徴とする切削工具用硬質皮膜。

【請求項 9】 請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の切削工具用硬質皮膜の製造方法であって、成膜ガス雰囲気中で金属を蒸発させイオン化して、前記金属とともに成膜ガスのプラズマ化を促進しつつ成膜することを特徴とする

切削工具用硬質皮膜の製造方法。

【請求項 10】 ターゲットを構成する金属の蒸発およびイオン化をアーク放電にて行うアークイオンプレーティング法において、該ターゲットの蒸発面にほぼ直交して前方に発散ないし平行に進行する磁力線を形成し、この磁力線によって被処理体近傍における成膜ガスのプラズマ化を促進しつつ成膜する請求項 9 に記載の切削工具用硬質皮膜の製造方法。

【請求項 11】 前記被処理体に印加するバイアス電位をアース電位に対して -50V ~ -300V とする請求項 10 に記載の切削工具用硬質皮膜の製造方法。

【請求項 12】 成膜時の前記被処理体温度を 300℃ 以上 800℃ 以下とする請求項 10 または 11 に記載の切削工具用硬質皮膜の製造方法。

【請求項 13】 成膜時の反応ガスの分圧または全圧を 0.5Pa 以上 6Pa 以下とする請求項 10 ~ 12 のいずれかに記載の切削工具用硬質皮膜の製造方法。

【請求項 14】 Al、Cr および V、または M (M は、Ti、Nb、W、Ta および Mo よりなる群から選択される少なくとも 1 種)、Al、Cr および V からなり、且つ相対密度が 95% 以上であることを特徴とする硬質皮膜形成用ターゲット。

【請求項 15】  $(Al_y, [Cr_{1-\beta}V_\beta]_z)$  からなるターゲットであって、

0.5 ≤ y ≤ 0.8、

0.2 ≤ z ≤ 0.5、

y + z = 1、

0.05 ≤ β ≤ 0.95

(y, z はそれぞれ Al, Cr + V の原子比を示し、β は V の原子比を示す。以下同じ) である請求項 14 に記載の硬質皮膜形成用ターゲット。

【請求項 16】  $(M_x, Al_y, [Cr_{1-\beta}V_\beta]_z)$  からなるターゲットであって、M は、Ti、Nb、W、Ta および Mo よりなる群から選択される少なくとも 1 種であり、かつ、

0.02 ≤ x ≤ 0.3、

0.5 ≤ y ≤ 0.8、

0.05 ≤ z、

x + y + z = 1、

0 ≤ β ≤ 1

(x, y, z はそれぞれ M, Al, Cr + V の原子比を示し、β は V の原子比を示す。以下同じ) である請求項 14 に記載の硬質皮膜形成用ターゲット。但し、M が Ti であって、かつ β の値が 0 の場合を除く。

【請求項 17】 前記 M が Ti である請求項 16 に記載の硬質皮膜形成用ターゲット。

【請求項 18】 前記ターゲット中に存在する空孔の大きさが半径 0.3mm 未満である請求項 14 ~ 17 のいずれかに記載の硬質皮膜形成用ターゲット。

【請求項 19】 酸素含有量が 0.3 質量% 以下で、水

3

素含有量が 0.05 質量%以下であり、更に塩素含有量が 0.2 質量%以下である請求項 14～18 のいずれかに記載の硬質皮膜形成用ターゲット。

【請求項 20】 Cu 含有量が 0.05 質量%以下で、Mg 含有量が 0.03 質量%以下である請求項 14～19 のいずれかに記載の硬質皮膜形成用ターゲット。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、チップ、ドリル、エンドミル等の切削工具の耐摩耗性を向上するための硬質皮膜およびその製造方法、更には、この様な硬質皮膜の製造において蒸発源として使用されるターゲットに関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来より、超硬合金、サーメットまたは高速度工具鋼を基材とする切削工具の耐摩耗性を向上させることを目的に、TiN や TiCN、TiAlN 等の硬質皮膜をコーティングすることが行われている。特に、特許第 2644710 号に開示されるような Ti と Al の複合窒化皮膜〔以下、TiAlN と記す〕が、優れた耐摩耗性を示すことから、前記チタンの窒化物や炭化物、炭窒化物等からなる皮膜に代わって、高速切削用や焼き入れ鋼等の高硬度材切削用の切削工具に適用されつつある。しかしながら、近年の被削材高硬度化や切削速度の高速度化に伴い、更に耐摩耗性の高められた皮膜が求められている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明はこのような事情に鑑みてなされたものであって、その目的は、高速・高能率切削が可能な、TiAlN よりも高硬度であって耐摩耗性に優れた切削工具用硬質皮膜、およびこの様な硬質皮膜を得るための有用な製造方法、更には前記製造にて本発明の切削工具用硬質皮膜を効率よく得ることのできるターゲットを提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明に係る切削工具用硬質皮膜とは、 $(Al_b, [Cr_{1-\alpha}V_\alpha]_c)(C_{1-d}Nd)$  からなる硬質皮膜であって、

$0.5 \leq b \leq 0.8$ 、

$0.2 \leq c \leq 0.5$ 、

$b + c = 1$ 、

$0.05 \leq \alpha \leq 0.95$ 、

$0.5 \leq d \leq 1$

(b, c はそれぞれ Al, Cr + V の原子比、d は N の原子比を示し、 $\alpha$  は V の原子比を示す)であることを要旨とするものである(以下、第 1 の硬質皮膜ということがある)。

【0005】また本発明は、 $(M_a, Al_b, [Cr_{1-\alpha}V_\alpha]_c)(C_{1-d}Nd)$  からなる硬質皮膜であって、M が、Ti、Nb、W、Ta および Mo よりなる群から選

4

択される少なくとも 1 種であり、かつ、

$0.02 \leq a \leq 0.3$ 、

$0.5 \leq b \leq 0.8$ 、

$0.05 \leq c$ 、

$a + b + c = 1$ 、

$0.5 \leq d \leq 1$ 、

$0 \leq \alpha \leq 1$

(a, b, c はそれぞれ M, Al, Cr + V の原子比、d は N の原子比を示し、 $\alpha$  は V の原子比を示す)であることを要旨とする切削工具用硬質皮膜も含むものであって、M が Ti の場合を好ましい形態とするが、M が Ti であって、かつ  $\alpha$  の値が 0 の場合については、特願 2001-185464 号として先に特許出願済み(但し、未公開)であるので、本発明からは除くこととする(上記皮膜を、以下、第 2 の硬質皮膜ということがある)。

【0006】本発明の切削工具用硬質皮膜は、更に、前記 d の値が 1 であるものや、結晶構造が岩塩構造型を主体とするものを好ましい形態とする。

【0007】また本発明の切削工具用硬質皮膜には、上記要件を満たし、且つ相互に異なる硬質皮膜が 2 層以上形成されているものや、前記 1 層もしくは 2 層以上の本発明の硬質皮膜の片面側または両面側に、岩塩構造型を主体とする結晶構造を有し、且つ前記硬質皮膜とは異なる成分組成の金属窒化物層、金属炭化物層および金属炭窒化物層よりなる群から選択される少なくとも 1 層や、4A 族、5A 族、6A 族、Al および Si よりなる群から選択される少なくとも 1 種の金属を含む金属層または合金層が 1 以上積層されているものも含まれる。

【0008】本発明は、上記切削工具用硬質皮膜を形成する方法も規定するものであって、成膜ガス雰囲気中で金属を蒸発させイオン化して被処理体上に本発明で規定する皮膜を形成する方法にて、前記金属とともに成膜ガスのプラズマ化を促進しつつ成膜することを要旨としている。また、アーク放電を行ってターゲットを構成する金属を蒸発およびイオン化して被処理体上に本発明で規定する皮膜を形成するアークイオンプレーティング法

(AIP 法)において、前記ターゲットの蒸発面にほぼ直交して前方に発散ないし平行に進行する磁力線を形成し、この磁力線によって前記被処理体近傍における成膜ガスのプラズマ化を促進しつつ成膜することを好ましい形態とする。尚、この場合に前記被処理体に印加するバイアス電位は、アース電位に対して  $-50V \sim -300V$  とすることが好ましい。また、成膜時の被処理体温度(以下、基板温度ということがある)は  $300^\circ C$  以上  $800^\circ C$  以下の範囲内とすることが望ましく、成膜時の反応ガスの分圧または全圧は、 $0.5 Pa$  以上  $6 Pa$  以下の範囲内とすることが望ましい。

【0009】尚、本発明における上記反応ガスとは、窒素ガス、メタンガス、エチレンガス、アセチレンガス等の様な、皮膜の成分組成に必要な元素を含むガスをい

い、それら以外に用いられるアルゴンなどの様な希ガス等をアシストガスといい、これらをあわせて成膜ガスということとする。

【0010】更に本発明は、Al、CrおよびV、またはM(Mは、Ti、Nb、W、TaおよびMoよりなる群から選択される少なくとも1種)、Al、CrおよびVからなり、且つ相対密度が95%以上であることを特徴とする硬質皮膜形成用ターゲットも含み、該ターゲット中に存在する空孔の大きさが半径0.3mm未満であることを好ましい形態とする。

【0011】前記(A1<sub>b</sub>, [Cr<sub>1-α</sub>V<sub>α</sub>]<sub>c</sub>)(C<sub>1-d</sub>N<sub>d</sub>)で示される本発明の硬質皮膜(第1の硬質皮膜)の成膜には、ターゲットとして、その成分組成が(A1<sub>y</sub>, [Cr<sub>1-β</sub>V<sub>β</sub>]<sub>z</sub>)からなるものであって、

0.5 ≤ y ≤ 0.8、

0.2 ≤ z ≤ 0.5、

y + z = 1、

0.05 ≤ β ≤ 0.95

(y, zはそれぞれAl, Cr+Vの原子比を示し、βはVの原子比を示す)を満足するものを用いるのがよい。

【0012】また、前記(M<sub>a</sub>, A1<sub>b</sub>, [Cr<sub>1-α</sub>V<sub>α</sub>]<sub>c</sub>)(C<sub>1-d</sub>N<sub>d</sub>)で示される本発明の硬質皮膜(第2の硬質皮膜)の成膜には、ターゲットとして、その成分組成が(M<sub>x</sub>, A1<sub>y</sub>, [Cr<sub>1-β</sub>V<sub>β</sub>]<sub>z</sub>)からなるものであって、Mは、Ti、Nb、W、TaおよびMoよりなる群から選択される少なくとも1種であり、かつ、

0.02 ≤ x ≤ 0.3、

0.5 ≤ y ≤ 0.8、

0.05 ≤ z、

x + y + z = 1、

0 ≤ β ≤ 1

(x, y, zはそれぞれM, Al, Cr+Vの原子比を示し、βはVの原子比を示す)を満たすものを用いるのがよく、本発明の好ましい形態であるMがTiの硬質皮膜の形成には、上記MがTiであるターゲットを用いることが好ましい。

【0013】但し、本発明の硬質皮膜は、前記MがTiであって、かつ前記αの値が0の場合を除くものであることから、ターゲットについても、前記MがTiであって、かつ前記βの値が0のものを除くこととする。

【0014】また前記ターゲット中の酸素含有量が0.3質量%以下で、水素含有量が0.05質量%以下であり、更に塩素含有量が0.2質量%以下であることが好ましく、更にCu含有量が0.05質量%以下で、Mg含有量が0.03質量%以下であることが好ましい。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明者らは、前述した様な状況の下で、より優れた耐摩耗性を発揮する切削工具用硬質

皮膜の実現を目指して鋭意研究を進めた。その結果、指標として皮膜の硬度を高めることにより耐摩耗性が著しく向上することを見出した。

【0016】そして、その手段として(TiAl)(CN)膜のAl濃度およびその他の添加元素の影響に着目して研究を進めた結果、Al濃度を増加させると共に、CrあるいはVを添加すること、更にはTi、Nb、W、TaおよびMoよりなる群から選択される少なくとも1種(以下、単に元素Mと総称することがある)を添加することによって、膜の硬度が向上し、結果として耐摩耗性が飛躍的に向上することを突き止め、更に、これらAl、元素M、CrおよびVの定量的作用効果について追求を重ねた結果、上記本発明に想到したのである。

【0017】即ち、本発明の硬質皮膜とは、(A1<sub>b</sub>, [Cr<sub>1-α</sub>V<sub>α</sub>]<sub>c</sub>)(C<sub>1-d</sub>N<sub>d</sub>)からなる硬質皮膜であって、該皮膜の成分組成が、

0.5 ≤ b ≤ 0.8、

0.2 ≤ c ≤ 0.5、

b + c = 1、

0.05 ≤ α ≤ 0.95、

0.5 ≤ d ≤ 1

(b, cはそれぞれAl, Cr+Vの原子比、dはNの原子比を示し、αはVの原子比を示す)を満たすこと、または、(M<sub>a</sub>, A1<sub>b</sub>, [Cr<sub>1-α</sub>V<sub>α</sub>]<sub>c</sub>)(C<sub>1-d</sub>N<sub>d</sub>)からなる硬質皮膜であって、Mは、Ti、Nb、W、TaおよびMoよりなる群から選択される少なくとも1種であり、かつ、

0.02 ≤ a ≤ 0.3、

0.5 ≤ b ≤ 0.8、

0.05 ≤ c、

a + b + c = 1、

0.5 ≤ d ≤ 1、

0 ≤ α ≤ 1

(a, b, cはそれぞれM, Al, Cr+Vの原子比、dはNの原子比を示し、αはVの原子比を示す)を満たすことを特徴とするものであるが、この様に皮膜中のM、Al、Cr、V、CおよびNの組成を規定した理由について、以下詳細に説明する。

【0018】前記TiAlN皮膜は岩塩構造型の結晶であり、岩塩構造型のTiNのTiのサイトにAlが置換して入った岩塩構造型の複合窒化物である。ところで、岩塩構造型のAlN(格子定数4.12Å)は高温高压相であるため、高硬度物質であると予想されることから、岩塩構造を維持しながらTiAlN中のAlの比率を高めれば、前記TiAlN皮膜の硬度をさらに高めることができると考えられる。しかしながら岩塩構造型のAlNは、常温常圧、高温常圧では準安定相であることから、気相コーティングを行ってAlN単独の皮膜を形成しても、通常は軟質なZnS型AlNのみが形成され、岩塩構造型のAlNは生成されない。ところで、T

i Nは常温常圧において岩塩構造型で、かつ岩塩構造型のA l Nと格子定数が近いことから、T iにA lを添加して窒化物を形成することによって、T i Nの構造にA l Nが引き込まれて岩塩構造型のT i A l N膜または(T i A l) (C N)膜を形成することができるのである。しかしながら前記公報では、T i A l NにおけるA lの比率が原子比で0.6~0.7を越えると、軟質なZ n S型A l Nが析出するため硬度の低下が生じることが開示されている。これは、A l濃度が高くなると岩塩構造型のT i Nによる引き込み効果が弱くなり、軟質なZ n S型のA l Nの形成が優勢になるためと考えられる。一方、C r NやV Nは、T i Nよりさらに岩塩構造型のA l Nに格子定数が近いことから(A l N: 4.12 Åに対し、T i N: 4.24 Å、C r NおよびV N: 4.14 Å)、T i A l N中のT iをC r、Vに置換することにより、さらに高A l濃度で岩塩構造型を維持することが可能であると考えられる。

【0019】そこで本発明では、まず、第1の硬質皮膜として、T iのかわりにC rとVを添加した(A l, C r, V) (C N)膜について、前記引き込み効果を最大限に発揮させて、岩塩構造型のA l Nを析出させ、高A l濃度であっても岩塩構造型を主体とする皮膜を形成すべく、成分組成について検討した。

【0020】その結果、上記引き込み効果を有効に発揮させるには、C r+Vの原子比cを0.2以上で0.5以下とする必要があることが分かった。さらにA l量を増加させて岩塩構造型のA l Nの比率を高めるには、前記C r+Vの原子比cの上限を0.4とすることが好ましく、より好ましくは0.3であることも分かった。尚、上記(C r+V)量が少なくなると、格子定数が岩塩構造型のA l Nに近い(C r N+V N)による上記引き込み効果が小さくなることから、C r+Vの原子比cの下限を0.23とすることが好ましい。

【0021】また、(C r+V)中のVの原子比αに関しては、C r NとV Nで格子定数がほぼ等しく、C rを添加すると、鉄系の被削材料に対して耐摩耗性を高めることができ、Vを添加するとドライ切削状態にて潤滑効果をもたらすなど独自の効果を有することから、用途によりC rおよびVの比率を調整すればよいが、切削工具として両者の特性を兼ね備えていることが望ましいので、αの下限を0.05、上限を0.95とした。αの下限は、好ましくは0.2で、より好ましくは0.3であり、αの上限は、好ましくは0.8で、より好ましくは0.7である。

【0022】A lの原子比bは、前記(C r+V)の原子比cの値により定まるが、A lの比率が小さすぎると、岩塩構造型のA l Nの析出量が少なく高硬度化の効果が得られないので、A lの原子比bの下限を0.5とした。前記bの下限は、好ましくは0.6であり、より好ましくは0.65である。一方、A lの原子比の上限

を0.8としたのは、A lの比率が大きすぎると、相対的にC r、Vの添加量が少なくなって前記引き込み効果が弱くなり、その結果、軟質なZ n S型のA l N析出により皮膜が軟質化するからである。A lの原子比bの上限は、好ましくは0.77であり、より好ましくは0.75である。

【0023】さらに本発明では、第2の硬質皮膜として、C r NおよびV N(格子定数: 4.14 Å)と格子定数の異なる窒化物を形成する元素M; T i(T i Nの格子定数: 4.24 Å)、N b(N b Nの格子定数: 4.39 Å)、W(W<sub>2</sub>Nの格子定数: 4.12 Å)、T a(T a Nの4.33 Å)、M o(M o<sub>2</sub>Nの格子定数: 4.16 Å)をC r、Vと置換させることによって、高A l濃度による高硬度化に加え、格子歪みの効果により、更なる皮膜の高硬度化を図ることが可能であることを見出した。

【0024】この様に(M, A l, C r, V) (C N)膜にて、C r N、V Nと格子定数の異なる窒化物を形成する元素Mとして、T i、N b、W、T aおよびM oよりなる群から選択される少なくとも1種を添加して、C r NやV Nの格子定数との違いにより結晶格子の歪みを生じさせて高硬度化を図るには、Mの原子比aの下限を0.02とする必要があり、好ましくは、0.05以上であり、より好ましくは0.1以上であることが分かった。

【0025】一方、Mの原子比aが大きすぎると、C r、Vの添加量が抑えられ、前記引き込み効果が弱くなり、A l含有量が同一であってもMの比率の高い皮膜では、Z n S型A l Nが析出して皮膜が軟質化する。従って、Mの原子比aの上限を0.3とした。Mの原子比aの上限は、好ましくは0.25であり、より好ましくは0.2である。

【0026】特に、元素MとしてT i、N bまたはT aを添加する場合、これらの窒化物がC r NあるいはV Nと比較して格子定数が大きく、格子歪みによる高硬度化を有効に図ることができることから好ましく、元素MとしてT iを単独で用いる場合が最も好ましい。また、上記T i、N b、またはT aを各々単独で添加する他、T iとN b、T iとT a、T aとN bまたはN bとT aといった2元素の組み合わせや、T i、T aおよびN bといった3元素の組み合わせで添加することも有効である。2元素以上を同時に添加する場合、これらの元素間で特に比率を規定するものではないが、最も添加量の少ない元素が、原子比で0.05a(aは元素Mの原子比)以上含まれていることが好ましく、より好ましくは0.1a以上である。

【0027】C r、Vに関しては、上述の通り、引き込み効果により岩塩構造型のA l Nを皮膜中に形成させるのに必要な元素であることから、本発明の(M, A l, C r, V) (C N)膜における(C r+V)の原子比c

の下限を 0.05 とした。好ましくは 0.1 以上であり、より好ましくは 0.15 以上である。尚、上記 (Cr+V) 量が少なくなると、格子定数が岩塩構造型の AlN に近い (CrN+VN) による上記引き込み効果が小さくなることから、Cr+V の原子比 c の下限を 0.23 とすることが好ましい。

【0028】また、(Cr+V) 中の V の原子比  $\alpha$  に関しては、CrN と VN で格子定数がほぼ等しく、Cr は鉄系の被削材料に対して耐摩耗性が優れ、V はドライ切削状態にて潤滑効果をもたらすなど独自の効果を有することから、用途によって使い分けられ、特に制限されるものではないが、両特性を確保する観点からは、 $\alpha$  の下限を 0.2 とすることが好ましく、より好ましくは 0.3 である。また、 $\alpha$  の上限を 0.8 とすることが好ましく、0.7 とすることがより好ましい。

【0029】Al の原子比 b の下限を 0.5 としたのは、Al の比率が小さすぎると、岩塩構造型の AlN の析出量が少なく、結果として低硬度となるからであり、前記 b の下限は、好ましくは 0.6 で、より好ましくは 0.65 である。一方、Al の原子比の上限を 0.8 としたのは、Al の比率が大きすぎると、相対的に Cr、V の添加量が少なくなることから前記引き込み効果が弱くなり、その結果、軟質な ZnS 型の AlN 析出により皮膜が軟質化するからである。Al の原子比 b の上限は、好ましくは 0.77 であり、より好ましくは 0.75 である。

【0030】前記第 1 の硬質皮膜および第 2 の硬質皮膜にて、C、N の量を規定した理由は次の通りである。即ち、皮膜中に C を添加し、VC、または M として Ti、Nb、Ta を添加した場合の TiC、NbC、TaC 等の高硬度の炭化物を析出させて皮膜の硬度を高める場合、C 量は、前記第 1 の硬質皮膜では V の添加量 (原子比) と同量程度、また前記第 2 の硬質皮膜では M+V の添加量 (原子比) と同量程度存在させることが望ましい。しかしながら、C を過剰に添加すると、水分と反応して容易に分解する不安定なアルミの炭化物を過度に析

$$\frac{IB(111) + IB(200) + IB(220)}{IB(111) + IB(200) + IB(220) + IH(100) + IH(102) + IH(110)} \quad \dots (1)$$

【0035】本発明の皮膜としては、上記要件を満足する単層の皮膜の他、上記要件を満たし、且つ相互に異なる皮膜を複数積層させたものを用いることもできる。また用途によっては、前記 1 層または 2 層以上の本発明で規定する (Al, Cr, V) (CN) 膜、または (M, Al, Cr, V) (CN) 膜の片面側または両面側に、岩塩構造型主体の結晶構造を有し、且つ前記硬質皮膜とは異なる成分組成の金属窒化物層、金属炭化物層および金属炭窒化物層よりなる群から選択される少なくとも 1 層が積層されていてもよい。

【0036】尚、ここでいう「岩塩構造型主体の結晶構造」も、前述の如く、 $\theta-2\theta$  法による X 線回折にお

\* 出させることになるので、C の原子比 (1-d) は 0.5 未満、即ち、N の原子比 d を 0.5 以上とする必要がある。d は、0.7 以上であることが好ましく、より好ましくは 0.8 以上であり、d=1 の場合を最も望ましい形態とする。

【0031】尚、本発明の硬質皮膜の結晶構造は、実質的に岩塩構造型を主体とするものであることが好ましい。前述のように ZnS 型構造が混入すると高強度を確保することができないからである。しかしながら皮膜の特性を損なわない範囲で若干の ZnS 型構造が構造中に含まれることは許容され、その目安として、以下に X 線回折により測定した岩塩構造型と ZnS 型構造の望ましい範囲を示す。

【0032】即ち、上記岩塩構造型を主体とする結晶構造とは、 $\theta-2\theta$  法による X 線回折における岩塩構造を示すピークのうち、(111) 面、(200) 面、(220) 面のピーク強度をそれぞれ、IB(111)、IB(200)、IB(220) とし、ZnS 型構造を示すピークのうち、(100) 面、(102) 面、(110) 面のピーク強度をそれぞれ、IH(100)、IH(102)、IH(110) とした場合に、下記式 (1) の値が 0.8 以上となるような結晶構造のことをいう。0.8 未満になると膜の硬度が本発明で好ましいとする硬度よりも低くなるのである。

【0033】前記 ZnS 型構造のピーク強度は、X 線回折装置にて Cu の K $\alpha$  線を用い、(100) 面は  $2\theta = 32^\circ \sim 33^\circ$  付近、(102) 面は  $2\theta = 48^\circ \sim 50^\circ$  付近、また (110) 面は  $2\theta = 57^\circ \sim 58^\circ$  付近に現れるピークの強度を測定して求める。尚、ZnS 型の結晶は AlN が主体であるが、Ti、V、Cr、Mo、Ta、W 等が混入すると、実測される ZnS 型 AlN のピーク位置は、JCPDS カードの ZnS 型 AlN のピーク位置と若干ずれる。

【0034】

【数 1】

る岩塩構造を示すピークのうち、(111) 面、(200) 面、(220) 面のピーク強度をそれぞれ、IB(111)、IB(200)、IB(220) とし、ZnS 型構造を示すピークのうち、(100) 面、(102) 面、(110) 面のピーク強度をそれぞれ、IH(100)、IH(102)、IH(110) とした場合に、上記式 (1) の値が 0.8 以上となるような結晶構造のことをいうものとする。また、岩塩構造型であって、本発明の規定とは異なる成分組成の金属窒化物層、金属炭化物層または金属炭窒化物層として、例えば TiN、TiAlN、TiCrAlN、TiCN、TiAlCN、TiCrAlCN、TiC 等の皮膜が挙げられ

る。

【0037】本発明の切削工具用硬質皮膜は、前記1層もしくは2層以上の本発明の硬質皮膜の片面側または両面側に、4A族、5A族、6A族、AlおよびSiよりなる群から選択される少なくとも1種の金属を含む金属層または合金層が1以上積層されているものであってもよく、前記4A族、5A族、6A族の金属として、Cr、Ti、Nb等が挙げられ、合金としてTi-Al等を用いることができる。

【0038】上記(i)本発明の要件を満たし且つ相互に異なる皮膜や、(ii)岩塩構造型であって前記硬質皮膜とは異なる成分組成の金属窒化物層、金属炭化物層または金属炭窒化物層、(iii)4A族、5A族、6A族、AlおよびSiよりなる群から選択される少なくとも1種の金属を含む金属層または合金層を、複数層形成して本発明の硬質皮膜とする場合には、1層の膜厚が0.005~2μmの範囲内にあればよいが、本発明の硬質皮膜は、単層の場合であっても上記複数層の場合であっても、トータルとしての膜厚は、0.5μm以上で20μm以下の範囲内とすることが望ましい。0.5μm未満だと膜厚が薄すぎて耐摩耗性が好ましくなく、一方、上記膜厚が20μmを超えると、切削中に膜の欠損や剥離が発生するからである。尚、より好ましい膜厚は、1μm以上で15μm以下である。

【0039】更に、Alの組成比が高くても結晶構造が実質的に岩塩構造型を主体とする本発明の硬質皮膜を作製するには、本発明で規定する様な方法で成膜することが大変有効である。即ち、成膜ガス雰囲気中でアーク放電を行ってターゲットを構成する金属を蒸発させてイオン化し、被処理体上に本発明の硬質皮膜を形成する方法にて、前記金属とともに成膜ガスのプラズマ化を促進しつつ成膜することが必要であり、このとき前記被処理体近傍における成膜ガスのプラズマ化を、ターゲットの蒸発面にはほぼ直交して前方に発散ないし平行に進行するように形成した磁力線によって促進しつつ成膜することを好ましい形態とする。

【0040】尚、本発明の成膜方法は、本発明で規定する岩塩構造型を主体とした(Al, Cr, V)(CN)皮膜または(M, Al, Cr, V)(CN)皮膜の成膜に有効であるのは勿論のこと、それ以外の皮膜を成膜するにあたって大変有効な方法であることは言うまでもない。

【0041】アークイオンプレーティング(AIP)装置においては、従来のように磁場がターゲットの裏側に配置されたカソード蒸発源では本発明の皮膜を作製することが困難であり、磁石がターゲットの横または前方に配置されて、ターゲット蒸発面にはほぼ直交して前方に発散ないし平行に進行する磁力線を形成し、この磁力線によって窒素ガスのプラズマ化を促進することが本発明の硬質皮膜を形成する上で大変有効なのである。

【0042】本発明を実施するための装置の一例として、図1にAIP装置を示しながら簡単に説明する。

【0043】このAIP装置は、真空排気する排気口11および雰囲気ガスを供給するガス供給口12とを有する真空容器1と、アーク放電によって陰極を構成するターゲットを蒸発させてイオン化するアーク式蒸発源2と、コーティング対象である被処理体(切削工具)Wを支持する支持台3と、この支持台3と前記真空容器1との間で支持台3を通して被処理体Wに負のバイアス電圧を印加するバイアス電源4とを備えている。

【0044】前記アーク式蒸発源2は、陰極を構成するターゲット6と、このターゲット6と陽極を構成する真空容器1との間に接続されたアーク電源7と、ターゲット6の蒸発面Sにはほぼ直交して前方に発散ないし平行に進行し、被処理体Wの近傍まで伸びる磁力線を形成する磁界形成手段としての磁石(永久磁石)8とを備えている。被処理体Wの近傍付近における磁束密度としては、被処理体の中心部において磁束密度が10G(ガウス)以上、好ましくは30G以上とするのが良い。尚、蒸発面にほぼ直交するとは、蒸発面の法線方向に対して0°を含み、30°程度以下の角度をなすことを意味する。

【0045】図2は、本発明の実施に供するアーク式蒸発源要部の一例を拡大した断面概略図であるが、前記磁界形成手段としての磁石8は、ターゲット6の蒸発面Sを取り囲むように配置されている。磁界形成手段としては、前記磁石に限らず、コイルとコイル電源とを備えた電磁石でも良い。また、磁石の配置場所は図3に示すように、ターゲット6の蒸発面Sの前方(被処理体側)を取り囲むように設けても良い。尚、図2では、チャンバーをアノードとしたが、例えばターゲット側面前方を取り囲むような円筒形状の専用アノードを設けても良い。

【0046】尚、図4に示す従来のAIP装置のアーク式蒸発源102にも、アーク放電をターゲット106上に集中させるための電磁石109を備えたものがあるが、電磁石109がターゲット106の裏側に位置しているため、磁力線がターゲット蒸発面近傍でターゲット表面と平行となり、磁力線が被処理体Wの近傍にまで伸びないようになっている。

【0047】本発明で使用するAIP装置のアーク式蒸発源と、従来のそれとの磁場構造の違いは、雰囲気ガスのプラズマの広がり方の違いにある。

【0048】前記図3に示すように、放電で発生した電子eの一部が磁力線に巻き付くように運動を行い、この電子が成膜ガスを構成する窒素分子等と衝突することによって成膜ガスがプラズマ化する。前記図4における従来の蒸発源102では、磁力線がターゲット近傍に限られるため、上記の様に生成された成膜ガスのプラズマの密度はターゲット近傍が最も高く、被処理体Wの近傍ではプラズマ密度がかなり低いものとなっている。これに対し、図2および図3に示す様な本発明で使用する



蒸発源では、磁力線が被処理体Wにまで伸びるため、被処理体W近傍における成膜ガスのプラズマ密度が従来の蒸発源に比べ格段に高いものとなっている。

【0049】そしてこの様なターゲット表面における磁力線配置、および基板（被処理体）近傍のプラズマ密度の違いが、生成される膜の結晶構造、ひいては得られる特性に大きく影響を与えると考えられる。図5はこの様な影響を確認した一実施例であり、従来型の蒸発源と本発明者らのアーク蒸発源のそれぞれを用いて、本発明の（TiAlV）（CN）を成膜したときの皮膜の表面電子顕微鏡写真である。成膜条件は、両蒸発源ともにアーク電流を100A、窒素ガスの圧力を2.66Pa、基板（被処理体）温度を500℃とし、基板（被処理体）のバイアス電圧を100Vとしている。尚、バイアスの電位は、アース電位に対してマイナスとなるように印加しており、例えばバイアス電圧100Vとは、アース電位に対してバイアス電位が-100Vであることを示す。

【0050】この図5（1）に示されるように、磁石がターゲットの横または前方に位置している本発明者らのAIP装置の蒸発源で形成した皮膜表面は、非常に平滑であるのに対し、磁石がターゲットの背面に位置している従来型の蒸発源で形成した皮膜は、図5（2）に示される様に、表面に「マクロパーティクル」と呼ばれる溶融したターゲット物質の付着が多く認められ、表面粗度（Ra）が大きく、切削特性に悪影響を及ぼす。従って、成膜には本発明の蒸発源を用いることが大変有効なのである。

【0051】成膜時の基板（被処理体）に印可するバイアス電圧は、50～300Vの範囲にあることが望ましい。もともと岩塩構造型のAlNは、常温常圧では非平衡相であり生成しにくい物質であるが、本発明者等の蒸発源によって成膜ガスのプラズマ化が促進されて、成膜ガスがイオン化することから、基板にバイアス電圧を印可することで基体（被処理体）へのイオン衝撃が有効に行われ、岩塩構造型のAlNの形成が促進されるものと考えられる。この様な効果を発揮させるには、前記バイアス電圧を50V以上とすることが好ましく、より好ましくは70V以上である。しかし前記バイアス電圧が高すぎると、イオン化した成膜ガスによって膜がエッチングされ、成膜速度が極端に小さくなることから、前記バイアス電圧は300V以下とすることが好ましく、より好ましくは260V以下である。岩塩構造型のAlN形成の促進作用と成膜速度を勘案すれば、基板に印加するバイアス電圧は、70V以上で200V以下とすることが好ましい。

【0052】また本発明では、皮膜形成時の基板（被処理体）温度の範囲を300℃以上800℃以下とすることが好ましいとしているが、これは形成された皮膜の応力と関係している。図6は、一例として（Ti<sub>0.1</sub>Al

<sub>0.7</sub>Cr<sub>0.1</sub>V<sub>0.1</sub>)N皮膜を形成した時の基板（被処理体）温度と形成した皮膜の残留応力の関係を示したものであり、成膜時の基板のバイアス電圧を150V、窒素ガスの圧力を2.66Paとして実験を行ったものである。この図6より、基板（被処理体）温度が上昇すれば皮膜の残留応力は低減する傾向にあることが分かる。得られた硬質皮膜に過大な残留応力が作用していると、成膜ままの状態で剥離が生じ易く、密着性に劣る。従って、基板（被処理体）温度の下限は300℃とするのが好ましく、より好ましくは400℃である。一方、基板（被処理体）温度を高めれば上記残留応力は低減するが、残留応力が小さすぎる場合には圧縮応力が小さくなり、基板の抗折力増加作用が損なわれ、また高温による基板の熱的変質も生じることとなる。従って基板（被処理体）温度の上限は800℃とすることが好ましい。より好ましくは700℃以下である。

【0053】更に本発明では、成膜時の反応ガスの分圧または全圧を0.5Pa以上6Pa以下の範囲とすることを好ましい成膜条件としている。ここで反応ガスの「分圧あるいは全圧」と表示しているのは、本発明が、前述のように窒素ガスやメタンガスといった皮膜の成分組成に必要な元素を含むガスを反応ガス、それ以外のアルゴンなどの様な希ガス等をアシストガスといい、これらをあわせて成膜ガスとしており、成膜ガスとして、アシストガスを用いず反応ガスのみを用いる場合には、反応ガスの全圧を制御することが有効で、また、反応ガスおよびアシストガスの両方を用いる場合には、反応ガスの分圧を制御することが有効だからである。この反応ガスの分圧または全圧が0.5Pa未満の場合には、ターゲットをアーク蒸発させた場合に、前記マクロパーティクル（ターゲットの溶融物）が多量に付着して皮膜の表面粗度が大きくなり、用途によっては不都合を生じることから好ましくない。一方、反応ガスの分圧または全圧が6Paを超える場合には、反応ガスがターゲット構成成分の蒸発粒子と衝突して該蒸発粒子の散乱が多くなり、成膜速度が低下するため好ましくない。尚、反応ガスの分圧または全圧は、下限を1Paとし、上限を5Paとすることがより好ましく、更に好ましくは下限を1.5Paとし、上限を4Paとすることである。

【0054】本発明では、成膜方法としてAIP法について述べたが、金属元素とともに成膜ガスのプラズマ化が促進される成膜方法であれば、AIP法に限定されるものではなく、例えば、パルススパッタリング法や窒素のイオンビームアシストデポジション法で成膜することができる。

【0055】本発明の硬質皮膜は、上述の如くターゲットを蒸発またはイオン化させて、被処理体上に成膜するイオンプレーティング法やスパッタリング法等の気相コーティング法にて製造するのが有効であるが、該ターゲットの特性が好ましくない場合には、成膜時に安定した

15

放電状態が保てず、得られる皮膜の成分組成が均一でない等の問題が生じる。そこで優れた耐摩耗性を発揮する本発明の切削工用具用硬質皮膜を得るにあたり、使用するターゲットの特性についても検討したところ、下記の様な知見が得られた。

【0056】まず、ターゲットの相対密度を95%以上とすることで、成膜時の放電状態が安定し、効率よく本発明の硬質皮膜が得られることが分かった。即ち、ターゲットの相対密度が95%未満になると、ターゲット中にマイクロバア等の合金成分の粗な部分が生じるようになり、この様なターゲットを成膜に用いた場合に該合金成分の蒸発が不均一となって、得られる皮膜の成分組成がばらついたり膜厚が不均一となったりしてしまう。また、空孔部分は成膜時に、局所的かつ急速に消耗するので、減耗速度が速くなりターゲットの寿命が短くなる。空孔が多数存在する場合には、局所的な減耗が急速に進むのみならず、ターゲットの強度が劣化して割れが生じる原因ともなるのである。

【0057】ターゲットの相対密度が95%以上であっても、ターゲット中に存在する空孔が大きい場合には、放電状態が不安定となり良好に皮膜が成膜されないため好ましくない。ターゲット中に半径0.5μm以上の空孔が存在すると、ターゲットを構成する合金成分の蒸発またはイオン化のためのアーク放電が中断して成膜を行うことができないことが知られている。本発明者らが検討したところ、空孔の半径が0.3μm以上になると放電中断には至らずとも放電状態が不安定となることが分かった。従って、安定した放電状態を保ち、良好にかつ効率よく成膜を行うには、ターゲット中に存在する空孔の半径を0.3μm未満、好ましくは0.2μm以下とするのがよいのである。

【0058】AIP法等の気相コーティング法では、使用するターゲットの成分組成が、形成される皮膜の成分組成を決定付けることから、ターゲットの成分組成は、目的とする皮膜の成分組成と同一であることが好ましい。即ち、耐摩耗性に優れた本発明の硬質皮膜として、組成が(A1<sub>b</sub>, [Cr<sub>1-a</sub>V<sub>a</sub>]<sub>c</sub>) (C<sub>1-d</sub>Nd) で示される前記第1の硬質皮膜を成膜する場合には、ターゲットとして、(A1<sub>y</sub>, [Cr<sub>1-β</sub>V<sub>β</sub>]<sub>z</sub>) からなるものであって、

$$\begin{aligned} 0.5 \leq y \leq 0.8, \\ 0.2 \leq z \leq 0.5, \\ y+z=1, \\ 0.05 \leq \beta \leq 0.95 \end{aligned}$$

(y, z はそれぞれA1, Cr+Vの原子比を示し、βはVの原子比を示す) を満足するものを用いるのがよい。

【0059】また組成が(M<sub>a</sub>, A1<sub>b</sub>, [Cr<sub>1-a</sub>V<sub>a</sub>]<sub>c</sub>) (C<sub>1-d</sub>Nd) で示される第2の硬質皮膜を成膜する場合には、ターゲットとして、(M<sub>x</sub>, A

16

1<sub>y</sub>, [Cr<sub>1-β</sub>V<sub>β</sub>]<sub>z</sub>) からなるターゲットであって、Mは、Ti、Nb、W、TaおよびMoよりなる群から選択される少なくとも1種であり、かつ、

$$\begin{aligned} 0.02 \leq x \leq 0.3, \\ 0.5 \leq y \leq 0.8, \\ 0.05 \leq z, \\ x+y+z=1, \\ 0 \leq \beta \leq 1 \end{aligned}$$

(x, y, z はそれぞれM, Al, Cr+Vの原子比を示し、βはVの原子比を示す) を満たすものを用いるのがよく、本発明の好ましい形態であるMがTiの硬質皮膜の形成には、上記MがTiであるターゲットを用いることが好ましい。

【0060】上記ターゲットの成分組成を満足していても、ターゲットの成分組成分布がばらついていると、得られる硬質皮膜の成分組成分布も不均一となり、該皮膜の耐摩耗性が部分的に異なることになってしまう。またターゲットの成分組成分布にばらつきがあると、ターゲットに局所的な電気伝導性や融点等の差異が生ずることとなり、これが放電状態を不安定にして良好に成膜されないのである。従って、本発明のターゲットは、組成分布のばらつきが0.5at%以内にあることが好ましい。

【0061】更に本発明者らは、ターゲットの製造に用いる原料あるいはターゲット製造時の雰囲気が原因で、ターゲット中に不可避免的に混入する不純物(酸素、水素、塩素、銅およびマグネシウム)の含有量が、成膜時の放電状態等に及ぼす影響についても調べた。

【0062】その結果、酸素、水素および塩素がターゲット中に多量に含まれていると、成膜時にターゲットからこれらのガスが突発的に発生し、放電状態が不安定となったり最悪の場合にはターゲットそのものが破損して良好に成膜されないことが分かった。従って、ターゲット中に含まれる酸素は0.3質量%以下、水素は0.05質量%以下、塩素は0.2質量%以下に抑えるのがよいのである。より好ましくは、酸素を0.2質量%以下、水素を0.02質量%以下、塩素を0.015質量%以下に抑える。

【0063】また、銅やマグネシウムは、本発明のターゲットを構成する前記元素M、Al、CrおよびVよりも蒸気圧が高く気化しやすいので、多量に含まれる場合には、ターゲット製造時にガス化してターゲット内部に空孔が形成され、この様な欠陥が原因で成膜時の放電状態が不安定となるのである。従って、ターゲット中に含まれる銅の含有量は、0.05質量%以下に抑えることが好ましく、より好ましくは0.02質量%以下である。また、マグネシウムの含有量は、0.03質量%以下に抑えることが好ましく、より好ましくは0.02質量%以下である。

【0064】この様な不純物の含有量を本発明で規定す

る範囲にまで低減する方法として、例えば原料粉末の真空溶解や、清浄雰囲気中で原料粉末の配合・混合を行うこと等が挙げられる。

【0065】ところで本発明は、ターゲットの製造方法についてまで特定するものではないが、例えば、量比や粒径等を適切に調整した原材料の元素Mの粉末や、Cr粉末、V粉末、Al粉末を、V型ミキサー等で均一に混合して混合粉末とした後、これに冷間静水圧加圧処理

(CIP処理)あるいは熱間静水圧加圧処理(HIP処理)を施すことが本発明のターゲットを得る有効な方法として挙げられる。これらの方法の他、熱間押出法や超高压ホットプレス法等によっても本発明のターゲットを製造することができる。

【0066】尚、上記の様に混合粉末を調製した後、ホットプレス処理(HP)にてターゲットを製造する方法も挙げられるが、この方法では、本発明で用いるVが高融点金属であるため相対密度の高いターゲットが得られ難いといった問題点がある。また、上記の様に混合粉末を用いて製造する方法の他、予め合金化させた粉末を用いて、CIP処理やHIP処理を行ったり、溶解・凝固させてターゲットを得る方法も挙げられる。しかし前記合金化粉末を用いてCIP処理またはHIP処理を行う方法では、組成の均一なターゲットが得られるという利点があるものの、合金粉末が難焼結性であるため、高密度ターゲットが得られ難いといった問題点がある。また後者の合金化粉末を溶解・凝固させる方法では、組成が比較的均一なターゲットが得られるという利点があるが、凝固時に割れや引け巣が発生し易いといった問題があり、本発明のターゲットを得ることは難しい。

#### 【0067】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更を加えて実施することも可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に含まれる。

【0068】[実施例1] 前記図1に示すAIP装置の\*

実験 No.	ターゲット組成 (原子比)						結晶構造*	式(1)の値	硬度 (HV)	摩耗幅 ( $\mu\text{m}$ )
	Ti	Al	Cr	V	C	N				
1	0.4	0.6	0	0	0	1	B	1	2800	45.8
2	1	0	0	0	0	1	B	1	2400	98.9
3	1	0	0	0	0.5	0.5	B	1	2700	54.9
4	0	0.4	0.3	0.3	0	1	B	1	2600	66.3
5	0	0.55	0.2	0.25	0	1	B	1	3020	31.4
6	0	0.65	0.2	0.15	0	1	B	1	3050	29.8
7	0	0.75	0.1	0.15	0	1	B	1	3100	27.5
8	0	0.85	0.07	0.08	0	1	B+H	0.2	2500	80.7
9	0	0.65	0.01	0.34	0	1	B	1	2870	40.5
10	0	0.65	0.34	0.01	0	1	B	1	2850	41.9

\* Bは岩塩構造型を示し、HはZnS構造型を示す

\*カソードに[Al, Cr, V]または[M(Ti, Nb, W, Ta, Mo)の1種以上], Al, Cr, V]からなる合金ターゲットを取り付け、さらに、支持台上に被処理体として超硬合金製チップ、超硬合金製エンドミル(直径10mm、2枚刃)を取り付け、チャンバー内を真空状態にした。その後、チャンバー内にあるヒーターで被処理体の温度を500℃に加熱し、窒素ガスを導入してチャンバー内の圧力を2.66Paにしてアーク放電を開始し、基板(被処理体)の表面に膜厚3 $\mu\text{m}$ の皮膜を形成した。なお、成膜中にアース電位に対して基板(被処理体)がマイナス電位となるよう100~150Vのバイアス電圧を基板(被処理体)に印加した。

【0069】成膜終了後、膜中の金属成分組成、膜の結晶構造、ビッカース硬度を調べた。膜中の金属元素の成分組成はEPMAにより測定した。また皮膜中の金属元素および窒素以外の不純物元素量は、酸素が1at%以下で、炭素が2at%以下のレベルであった。膜の結晶構造はX線回折により同定した。前記式(1)の値は、前述のようにX線回折装置にてCuのK $\alpha$ 線を用いて各結晶面のピーク強度を測定して求めた。さらに耐摩耗性を評価すべく、硬質皮膜を形成したエンドミルを用い、以下の条件で切削試験を行って刃中部分の摩耗幅を測定した。

切削条件

被削材: SKD61 (HRC50)

切削速度: 200m/分

刃送り: 0.06mm/刃

軸切り込み: 5mm

径方向切り込み: 1mm

30 切削長: 30mm

その他: ダウンカット、ドライカット、エアブローのみ得られた膜の成分組成、結晶構造、ビッカース硬度、前記式(1)および切削試験で測定した摩耗幅の値を表1~3に示す。

#### 【0070】

【表1】

#### 【0071】

【表2】

実験 No.	ターゲット組成 (原子比)							結晶構造 <sup>※2</sup>	式(1)の値	硬度 (HV)	摩耗幅 ( $\mu\text{m}$ )
	M <sup>※1</sup>	Al	Cr	V	C	N					
11	0.2	Ta	0.4	0.25	0.15	0	1	B	1	2600	66.3
12	0.3	Ti, W	0.4	0.15	0.15	0	1	B	1	2550	73.1
13	0.5	Ti, Nb	0.4	0.05	0.05	0	1	B	1	2400	98.9
14	0.35	Nb, Mo	0.6	0.025	0.025	0	1	B	1	2700	54.9
15	0.08	Ta, Mo	0.85	0.03	0.04	0	1	B+H	0.5	2450	89.2
16	0.1	Ti, Nb	0.55	0.15	0.2	0	1	B	1	2950	35.3
17	0.2	Ti, Ta, Nb	0.55	0.1	0.15	0	1	B	1	2900	38.4
18	0.25	Nb, Ta	0.67	0.05	0.03	0	1	B	1	2950	35.3
19	0.14	Ti, Mo	0.63	0.11	0.12	0	1	B	1	3000	32.4
20	0.07	Nb, Mo	0.7	0.12	0.11	0	1	B	1	3005	32.2
21	0.1	Ti, Ta	0.76	0.07	0.07	0	1	B+H	0.9	3050	29.8
22	0.1	Ti, Nb	0.7	0.1	0.1	0	1	B	1	3100	27.5
23	0.28	Ti, Nb	0.65	0	0.07	0	1	B	1	3000	32.4
24	0.28	Ti, Ta	0.65	0.07	0	0	1	B	1	3050	29.8

※1…多元素添加時の各元素の原子比はM元素添加量の等分

※2…Bは岩塩構造型を示し、Hは2ns構造型を示す

【0072】

【表3】

実験 No.	ターゲット組成 (原子比)						結晶構造 <sup>※</sup>	式(1)の値	硬度 (HV)	摩耗幅 ( $\mu\text{m}$ )
	Ti	Al	Cr	V	C	N				
25	0.2	0.4	0.25	0.15	0	1	B	1	2600	66.3
26	0.3	0.4	0.15	0.15	0	1	B	1	2550	73.1
27	0.5	0.4	0.05	0.05	0	1	B	1	2400	98.9
28	0.35	0.6	0.025	0.025	0	1	B	1	2700	54.9
29	0.08	0.85	0.03	0.04	0	1	B+H	0.5	2450	89.2
30	0.1	0.55	0.15	0.2	0	1	B	1	3000	32.4
31	0.2	0.55	0.1	0.15	0	1	B	1	2950	35.3
32	0.25	0.67	0.05	0.03	0	1	B	1	3000	32.4
33	0.14	0.63	0.11	0.12	0	1	B	1	3050	29.8
34	0.07	0.7	0.12	0.11	0	1	B	1	3055	29.6
35	0.1	0.76	0.07	0.07	0	1	B+H	0.9	3100	27.5
36	0.1	0.7	0.1	0.1	0	1	B	1	3150	25.4
37	0.38	0.55	0.005	0.065	0	1	B	1	2750	50.1
38	0.38	0.55	0.065	0.005	0	1	B	1	2780	47.4

※ Bは岩塩構造型を示し、Hは2ns構造型を示す

【0073】表1～3より、本発明の成分組成範囲を満たすNo. 5～7、16～24、および30～36では、高いピッカース硬度を達成することができ、切削試験における摩耗も摩耗幅40 $\mu\text{m}$ 未満と抑えられている。これに対し、従来例として(TiAl)N膜、TiN膜、およびTiCN膜を形成したNo. 1～3、および、本発明の硬質皮膜と構成元素を同じくするがその組成が本発明範囲を外れるNo. 4、8～15、25～29、37および38は、硬度がHV2900以下と低く、切削試験でも摩耗幅が40 $\mu\text{m}$ 以上と摩耗の大きいものとなっている。

【0074】図7～9は、(Al, Cr, V)N膜、(M, Al, Cr, V)N膜、および(Ti, Al, Cr, V)N膜における金属元素の組成図にて、本発明範囲とNo. 4～38の実施例を示したものであり、図7～9中の●と□の境界線で囲まれる領域は本発明の範囲を示し、□と○の境界線で囲まれる領域は好ましい本発明の範囲を示し、更に○と◎の境界線で囲まれる領域はより好ましい本発明の範囲を示す。これらの図及び表1～3に示される様に、図7～9にて◎、○および□で示される本発明の範囲内にあるNo. 5～7、16～24、および30～36は、図7～9にて●で示される本発明の規定成分組成を満たさないNo. 4、8、11～

15および25～29と比較して皮膜硬度の高いものとなっており、特に、図7～9にて◎および○で示される好ましい成分組成範囲内にあるNo. 6、7、19～22および33～36では、非常に硬度が高く、耐摩耗性に優れている結果となった。

【0075】〔実施例2〕次に、前記図1に示すAIP装置のカソードに〔Al, Cr, V〕または〔M(Ti, Nb, W, Ta, Mo)の1種以上〕, Al, Cr, V)からなる合金ターゲットを取り付け、さらに、支持台上に被処理体として超硬合金製チップ、超硬合金製エンドミル(直径10mm、2枚刃)を取り付け、チャンバー内を真空状態にした。その後、チャンバー内にあるヒーターで被処理体の温度を500℃に加熱し、窒素とメタンの混合ガスを導入してチャンバー内の圧力を2.66Paにしてアーク放電を開始し、基板(被処理体)の表面に膜厚3 $\mu\text{m}$ の各皮膜を形成した。なお、成膜中にアース電位に対して基板(被処理体)がマイナス電位となるよう100～150Vのバイアス電圧を基板(被処理体)に印加した。得られた皮膜中の金属元素の成分組成はEPMAにより測定した。皮膜中の金属元素、窒素および炭素以外の不純物元素量は、酸素が1at%以下のレベルであった。

【0076】

【表 4】

実験 No.	ターゲット組成 (原子比)						結晶構造 <sup>※2</sup>	式(1)の値	硬度 (HV)	摩耗幅 ( $\mu\text{m}$ )
	M <sup>※1</sup>	Al	Cr	V	C	N				
39	—	0.75	0.15	0.1	0.1	0.9	B	1	3100	27.5
40	—	0.75	0.15	0.1	0.3	0.7	B	1	3020	31.4
41	—	0.75	0.15	0.1	0.4	0.6	B	1	3010	31.9
42	—	0.75	0.15	0.1	0.6	0.4	B	1	2750	50.1
43	0.1 Ti, Nb	0.7	0.1	0.1	0.1	0.9	B	1	3150	25.4
44	0.1 Ti, Nb	0.7	0.1	0.1	0.3	0.7	B	1	3040	30.3
45	0.1 Ti, Nb	0.7	0.1	0.1	0.4	0.6	B	1	2950	35.3
46	0.1 Ti, Nb	0.7	0.1	0.1	0.6	0.4	B	1	2750	50.1
47	0.1 Ti	0.7	0.1	0.1	0.1	0.9	B	1	3100	27.5
48	0.1 Ti	0.7	0.1	0.1	0.3	0.7	B	1	3050	29.8
49	0.1 Ti	0.7	0.1	0.1	0.4	0.6	B	1	2950	35.3
50	0.1 Ti	0.7	0.1	0.1	0.6	0.4	B	1	2700	54.9

※1…多元素添加時の各元素の原子比はM元素添加量の等分

※2…Bは岩塩構造型を示す

【0077】表4より、本発明の要件を満たす皮膜をコーティングしたNo. 39～41、43～45、および47～49のエンドミルは、皮膜中のC、Nの組成比が本発明の規定範囲外であるNo. 42、46および50のエンドミルと比較して、切削試験における摩耗幅が小さく、耐摩耗性に優れていることがわかる。

【0078】【実施例3】表5～7にて皮膜1および皮膜2として示す、本発明の要件を満足する皮膜および種々の金属窒化物、金属炭化物、金属炭窒化物または金属膜の積層膜を超硬合金製エンドミル（直径10mm、2\*

\*枚刃）上に形成した。積層の仕方は、超硬合金製エンドミル上に、表5～7における皮膜1、次に表5～7における皮膜2の順に、表5～7に示す厚みにて交互に積層した。表5～7に示す積層数は、[皮膜1+皮膜2]を1単位としたときの繰り返し数を示す。得られた皮膜の耐摩耗性は、前記実施例1と同様にして切削試験を行い評価した。これらの結果を表5～7に併記する。

【0079】

【表 5】

実験 No.	皮膜1 <sup>※</sup>	皮膜1の膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	皮膜2 <sup>※</sup>	皮膜2の膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	積層数	摩耗幅 ( $\mu\text{m}$ )
51	Ti(C <sub>0.5</sub> N <sub>0.5</sub> )	0.05	AlCrVN	0.05	30	31
52	TiC	0.5	AlCrVN	2.5	2	33
53	Ti <sub>0.5</sub> Al <sub>0.5</sub> N	0.5	AlCrVN	2.5	2	32
54	Ti <sub>0.5</sub> Al <sub>0.5</sub> N	0.05	AlCrVN	0.05	30	34
55	Ti <sub>0.5</sub> Al <sub>0.5</sub> N	0.005	AlCrVN	0.005	300	33
56	TiN	0.5	AlCrVN	2.5	2	34
57	TiN	0.05	AlCrVN	0.05	30	35
58	TiN	0.005	AlCrVN	0.005	300	34
59	Ti <sub>0.5</sub> Al <sub>0.5</sub>	0.01	AlCrVN	3	2	35
60	Ti	0.1	AlCrVN	3	2	34
61	Cr	1	AlCrVN	2	2	37
62	AlCrVN	1.5	Al <sub>0.75</sub> Cr <sub>0.15</sub> V <sub>0.12</sub> N	1.5	2	37
63	AlCrVN	0.05	Al <sub>0.77</sub> Cr <sub>0.11</sub> V <sub>0.12</sub> N	0.05	30	34
64	AlCrVN	0.005	Al <sub>0.77</sub> Cr <sub>0.11</sub> V <sub>0.12</sub> N	0.005	300	33

※…AlCrVN(Al:Cr:V=75:15:10)

【0080】

【表 6】

23

24

実験 No.	皮膜 1 <sup>※</sup>	皮膜 1 の膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	皮膜 2 <sup>※</sup>	皮膜 2 の膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	積層数	摩耗幅 ( $\mu\text{m}$ )
65	Ti(C <sub>0.5</sub> N <sub>0.5</sub> )	0.05	TiTaAlCrVN	0.05	30	30
66	TiC	0.5	TiTaAlCrVN	2.5	2	32
67	Ti <sub>0.5</sub> Al <sub>0.5</sub> N	0.5	TiTaAlCrVN	2.5	2	31
68	Ti <sub>0.5</sub> Al <sub>0.5</sub> N	0.05	TiTaAlCrVN	0.05	30	33
69	Ti <sub>0.5</sub> Al <sub>0.5</sub> N	0.005	TiTaAlCrVN	0.005	300	32
70	TiN	0.5	TiTaAlCrVN	2.5	2	33
71	TiN	0.05	TiTaAlCrVN	0.05	30	34
72	TiN	0.005	TiTaAlCrVN	0.005	300	33
73	Ti <sub>0.5</sub> Al <sub>0.5</sub>	0.01	TiTaAlCrVN	3	2	34
74	Ti	0.1	TiTaAlCrVN	3	2	33
75	Cr	1	TiTaAlCrVN	2	2	36
76	TiTaAlCrVN	1.5	Ti <sub>0.03</sub> Ta <sub>0.07</sub> Al <sub>0.7</sub> Cr <sub>0.03</sub> V <sub>0.12</sub> N	1.5	2	36
77	TiTaAlCrVN	0.05	Ti <sub>0.04</sub> Ta <sub>0.06</sub> Al <sub>0.73</sub> Cr <sub>0.07</sub> V <sub>0.1</sub> N	0.05	30	33
78	TiTaAlCrVN	0.005	Ti <sub>0.04</sub> Ta <sub>0.06</sub> Al <sub>0.73</sub> Cr <sub>0.07</sub> V <sub>0.1</sub> N	0.005	300	32

※…TiTaAlCrVN(Ti:Ta:Al:Cr:V=5:5:70:10:10)

【0081】

【表 7】

実験 No.	皮膜 1 <sup>※</sup>	皮膜 1 の膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	皮膜 2 <sup>※</sup>	皮膜 2 の膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	積層数	摩耗幅 ( $\mu\text{m}$ )
79	Ti(C <sub>0.5</sub> N <sub>0.5</sub> )	0.05	TiAlCrVN	0.05	30	29
80	TiC	0.5	TiAlCrVN	2.5	2	31
81	Ti <sub>0.5</sub> Al <sub>0.5</sub> N	0.5	TiAlCrVN	2.5	2	30
82	Ti <sub>0.5</sub> Al <sub>0.5</sub> N	0.05	TiAlCrVN	0.05	30	32
83	Ti <sub>0.5</sub> Al <sub>0.5</sub> N	0.005	TiAlCrVN	0.005	300	31
84	TiN	0.5	TiAlCrVN	2.5	2	32
85	TiN	0.05	TiAlCrVN	0.05	30	33
86	TiN	0.005	TiAlCrVN	0.005	300	32
87	Ti <sub>0.5</sub> Al <sub>0.5</sub>	0.01	TiAlCrVN	3	2	33
88	Ti	0.1	TiAlCrVN	3	2	32
89	Cr	1	TiAlCrVN	2	2	35
90	TiAlCrVN	1.5	Ti <sub>0.1</sub> Al <sub>0.7</sub> Cr <sub>0.03</sub> V <sub>0.12</sub> N	1.5	2	35
91	TiAlCrVN	0.05	Ti <sub>0.1</sub> Al <sub>0.73</sub> Cr <sub>0.07</sub> V <sub>0.1</sub> N	0.05	30	32
92	TiAlCrVN	0.005	Ti <sub>0.1</sub> Al <sub>0.73</sub> Cr <sub>0.07</sub> V <sub>0.1</sub> N	0.005	300	31

※…TiAlCrVN(Ti:Al:Cr:V=10:70:10:10)

【0082】表 5～7 の No. 51～92 より、切削工  
具用硬質皮膜を複数層とする場合であっても、本発明の  
要件を満たす皮膜をコーティングしたものであれば、切  
削試験での摩耗幅が 40  $\mu\text{m}$  未満と優れた耐摩耗性を示  
すことが分かる。

【0083】【実施例 4】組成が Al : 75 at %、C  
r : 15 at %、および V : 10 at % の窒化物皮膜、  
または Ti : 5 %、Ta : 5 at %、Al : 70 at  
%、Cr : 10 at %、および V : 10 at % の窒化物  
皮膜、または Ti : 10 at %、Al : 70 at %、C  
r : 10 at %、および V : 10 at % の窒化物皮膜  
を、それぞれ基板に印可するバイアス電圧を 30 V～4  
00 V、基板（被処理体）の温度を 300℃～1000

℃、および反応ガスである窒素ガスの圧力を 0.3～7  
Pa の範囲で変化させて、超硬合金チップまたは超硬合  
金製エンドミル（直径 10 mm、2 枚刃）上に形成し  
た。得られた皮膜のビッカース硬度を測定するととも  
に、実施例 1 と同様にして切削試験を実施し、耐摩耗性  
について評価した。これらの結果を実験条件とともに、  
前記（Al, Cr, V）N 膜については表 8 に、前記  
（Ti, Ta, Al, Cr, V）N 膜については表 9  
に、また前記（Ti, Al, Cr, V）N 膜については  
表 10 に示す。

【0084】

【表 8】

25

26

実験 No.	直流電圧 (V)	基板温度 (℃)	反応ガス圧力 (Pa)	結晶構造※	硬度 (HV)	摩擦係 (μm)
93	30	500	2.66	H+B	2700	54.9
94	100	500	2.66	B	2900	38.4
95	150	500	2.66	B	3100	27.5
96	200	500	2.66	B	3100	27.5
97	400	500	2.66	膜形成なし	—	—
98	100	250	2.66	膜剥離	—	—
99	100	450	2.66	B	3200	23.5
100	100	550	2.66	B	3150	25.4
101	100	650	2.66	B+H	3100	27.5
102	100	750	2.66	B+H	3050	29.8
103	100	1000	2.66	B+H	2850	41.9
104	150	600	0.3	B	2650	60.3
105	150	600	1.33	B	2950	35.3
106	150	600	5.2	B	2900	38.4
107	150	600	7	B	2900	皮膜薄

※ Bは岩塩構造型を示し、HはZnS構造型を示す

【0085】

【表9】

実験 No.	直流電圧 (V)	基板温度 (℃)	反応ガス圧力 (Pa)	結晶構造※	硬度 (HV)	摩擦係 (μm)
108	30	500	2.66	H+B	2750	50.1
109	100	500	2.66	B	2950	35.3
110	150	500	2.66	B	3100	27.5
111	200	500	2.66	B	3100	27.5
112	400	500	2.66	膜形成なし	—	—
113	100	250	2.66	膜剥離	—	—
114	100	450	2.66	B	3100	27.5
115	100	550	2.66	B	3100	27.5
116	100	650	2.66	B+H	3050	29.8
117	100	750	2.66	B+H	3000	32.4
118	100	1000	2.66	B+H	2800	45.8
119	150	600	0.3	B	2600	66.3
120	150	600	1.33	B	3000	32.4
121	150	600	5.2	B	2960	34.7
122	150	600	7	B	2900	皮膜薄

※ Bは岩塩構造型を示し、HはZnS構造型を示す

【0086】

【表10】

実験 No.	直流電圧 (V)	基板温度 (℃)	反応ガス圧力 (Pa)	結晶構造※	硬度 (HV)	摩擦係 (μm)
123	30	500	2.66	H+B	2600	66.3
124	100	500	2.66	B	3100	27.5
125	150	500	2.66	B	3100	27.5
126	200	500	2.66	B	3050	29.8
127	400	500	2.66	膜形成なし	—	—
128	100	250	2.66	膜剥離	—	—
129	100	450	2.66	B	3200	23.5
130	100	550	2.66	B	3100	27.5
131	100	650	2.66	B+H	3050	29.8
132	100	750	2.66	B+H	3000	32.4
133	100	1000	2.66	B+H	2800	45.8
134	150	600	0.3	B	2670	58.1
135	150	600	1.33	B	3100	27.5
136	50	600	5.2	B	3050	29.8
137	150	600	7	B	2950	皮膜薄

※ Bは岩塩構造型を示し、HはZnS構造型を示す

【0087】表8～10より、本発明の要件を満たすN  
o. 94～96、99～102、105、106、10  
9～111、114～117、119～121、124  
～126、129～132、135および136は、N  
o. 93、97、98、103、104、107、10  
8、112、113、118、122、123、12  
7、128、133、134および137と比較して、  
高硬度の皮膜が得られ、切削試験時の摩擦係も小さいも  
のが得られていることから、耐摩擦性に優れた皮膜を得

るには、基板に印加するバイアス電圧や基板（被処理  
体）温度、更には反応ガスの圧力（分圧または全圧）を  
本発明の規定範囲内とすることが好ましいことが分か  
る。

【0088】【実施例5】ターゲットの相対密度や不純  
物含有量が成膜時の放電状態に及ぼす影響について調べ  
た。

【0089】それぞれ100メッシュ以下のTi粉末、  
Nb粉末、Cr粉末、V粉末またはAl粉末を所定量混

合し、温度：900℃かつ圧力： $8 \times 10^7$  Pa の条件でHIP処理を行って、表11～13に示す各成分組成のターゲットを作製した。上記ターゲットの成分組成はICP-MSにて測定した。また得られたターゲットの放電特性を調べるため、外径25.4mm、厚さ5mmに成形したターゲットをスパッタリング装置に装着し、反応性パルススパッタリング法により膜厚3μmの皮膜を被処理体である超硬合金製チップ上に成膜した。成膜は、反応ガスとしてN<sub>2</sub>ガスを用い、出力500Wで行った。

【0090】得られた硬質皮膜の成分組成はAPSで測定し、耐摩耗性は、実施例1と同様の切削試験を行い下記の基準で評価した。また成膜時の放電状態については、表面における放電状況を目視で観察したり、放電電圧のモニターを観察して行った。これらの結果を表11\*

\*～13に併記する。

切削試験における評価基準

○：摩耗量が40μm未満

×：摩耗量が40μm以上

放電状態の評価基準

・安定：放電電圧の瞬間的な上昇や放電の場所的な偏りが認められないもの

・やや不安定：放電電圧の瞬間的な上昇や放電の場所的な偏りが多少認められるもの

10 ・不安定：放電電圧の瞬間的な上昇や放電の場所的な偏りがかなり認められるもの

・放電中断：放電が停止するもの

【0091】

【表11】

実験 No.	ターゲット組成 (原子比)			相対密度	欠陥・空孔の有無・サイズ	放電状態	皮膜組成 (原子比)			耐摩耗性
	Al	Cr	V				Al	Cr	V	
138	0.55	0.2	0.25	99.8	<0.3mm	安定	0.53	0.21	0.26	○
139	0.65	0.2	0.15	99.5	<0.3mm	安定	0.63	0.21	0.16	○
140	0.75	0.1	0.15	99	<0.3mm	安定	0.73	0.11	0.16	○
141	0.55	0.2	0.25	97	<0.3mm	安定	0.53	0.21	0.26	○
142	0.65	0.2	0.15	96	<0.3mm	安定	0.63	0.21	0.16	○
143	0.75	0.1	0.15	94	0.3mm以上の空孔有り	不安定	0.73	0.11	0.16	×
144	0.55	0.2	0.25	93	0.3mm以上の空孔有り	不安定	0.53	0.21	0.26	×
145	0.65	0.2	0.15	94	<0.3mm	不安定	0.63	0.21	0.16	×
146	0.75	0.1	0.15	90	0.3mm以上の空孔有り	放電中断	0.73	0.11	0.16	測定不可

【0092】

【表12】

実験 No.	ターゲット組成 (原子比)				相対密度	欠陥・空孔 サイズ	放電状態	皮膜組成 (原子比)				耐摩耗性	
	M <sup>※</sup>	Al	Cr	V				M	Al	Cr	V		
147	0.1	Ti, Nb	0.55	0.15	0.2	99.8	<0.3mm	安定	0.1	0.5	0.2	0.21	○
148	0.2	Ti, Ta, Nb	0.55	0.1	0.15	99.5	<0.3mm	安定	0.2	0.5	0.1	0.16	○
149	0.25	Nb, Ta	0.67	0.05	0.03	99	<0.3mm	安定	0.3	0.7	0.1	0.04	○
150	0.14	Ti, Mo	0.63	0.11	0.12	97	<0.3mm	安定	0.1	0.6	0.1	0.13	○
151	0.07	Nb, Mo	0.7	0.12	0.11	96	<0.3mm	安定	0.1	0.7	0.1	0.12	○
152	0.1	Ti, Ta	0.76	0.07	0.07	94	0.3mm以上の 空孔有り	不安定	0.1	0.7	0.1	0.08	×
153	0.1	Ti, Nb	0.7	0.1	0.1	93	0.3mm以上の 空孔有り	不安定	0.1	0.7	0.1	0.11	×
154	0.28	Ti, Nb	0.65	0	0.07	94	<0.3mm	不安定	0.3	0.6	0	0.08	×
155	0.28	Ti, Ta	0.65	0.07	0	90	0.3mm以上の 空孔有り	放電中断	0.3	0.6	0.1	0.01	測定不可

\*…多元素添加時の各元素の原子比はM元素添加量の等分

【0093】

【表13】

実験 No.	ターゲット組成 (原子比)				相対密度	欠陥・空孔のサイズ	放電状態	皮膜組成 (原子比)				耐摩耗性
	Ti	Al	Cr	V				Ti	Al	Cr	V	
156	0.1	0.55	0.15	0.2	99.8	<0.3mm	安定	0.1	0.53	0.16	0.21	○
157	0.2	0.55	0.1	0.15	99.5	<0.3mm	安定	0.2	0.53	0.11	0.16	○
158	0.25	0.67	0.05	0.03	99	<0.3mm	安定	0.25	0.65	0.06	0.04	○
159	0.14	0.63	0.11	0.12	97	<0.3mm	安定	0.14	0.61	0.12	0.13	○
160	0.07	0.7	0.12	0.11	96	<0.3mm	安定	0.07	0.68	0.13	0.12	○
161	0.1	0.76	0.07	0.07	94	0.3mm以上の空孔有り	不安定	0.13	0.66	0.08	0.13	×
162	0.1	0.7	0.1	0.1	93	0.3mm以上の空孔有り	不安定	0.13	0.6	0.11	0.16	×
163	0.25	0.67	0.05	0.03	94	<0.3mm	不安定	0.28	0.57	0.06	0.09	×
164	0.14	0.63	0.11	0.12	90	0.3mm以上の空孔有り	放電中断	0.17	0.53	0.12	0.18	測定不可



【0094】表11～13より、No. 138～142、147～151、および156～160は、本発明で規定する相対密度を満足するものであることから放電状態は良好で、その結果、ターゲットと成分組成がほぼ同一で、良好な耐摩耗性を発揮する皮膜が得られていることが分かる。これに対し、No. 143～146、152～155、および161～164は、ターゲットの相対密度が本発明の要件を満足するものではないため、放電状態が不安定であったり継続不可能となり、その結果、得られる皮膜の成分組成がターゲットの成分組成と大きくずれ、耐摩耗性の好ましくない皮膜が得られる結果となった。

【0095】【実施例6】次にターゲット中の不純物 \*

\* (酸素、水素、塩素、銅およびマグネシウム) の含有量が成膜時の放電状態に与える影響について調べた。

【0096】表14に示す各成分組成のターゲットを実施例5と同様の方法で作製した。得られたターゲットの相対密度はいずれも99%以上で、0.3mm以上の空孔や連続した欠陥はいずれにも存在しなかった。得られたターゲットを用い、実施例1で使用したAIP装置にて、窒素ガスを成膜ガスとして成膜を行った。ターゲット中の不純物の含有量は、ICP-MSで測定した。また成膜時の放電状態は、実施例5と同様にして評価した。これらの結果を表14に併記する。

【0097】

【表14】

実験 No.	ターゲット組成 (質量%)										放電特性
	M <sup>※</sup>		Al	Cr	V	O	H	Cl	Cu	Mg	
165	12.69	Ti	39.30	20.66	26.98	0.28	0.02	0.03	0.03	0.01	安定
166	25.56	Ti	39.60	13.88	20.39	0.31	0.03	0.17	0.04	0.02	やや不安定
167	34.95	Ti	52.75	7.59	4.46	0.07	0.01	0.14	0.01	0.02	安定
168	18.79	Ti	47.64	16.03	17.13	0.22	0.05	0.08	0.03	0.03	安定
169	9.82	Ti	55.30	18.27	16.41	0.10	0.03	0.04	0.03	0.01	安定
170	14.67	Ti	62.78	11.14	10.92	0.26	0.02	0.15	0.05	0.01	安定
171	14.03	Ti	55.33	15.23	14.92	0.28	0.04	0.12	0.02	0.02	安定
172	-	-	38.98	27.31	33.45	0.14	0.04	0.03	0.04	0.01	安定
173	-	-	49.06	29.09	21.37	0.23	0.01	0.19	0.03	0.02	安定
174	-	-	60.87	15.64	22.99	0.33	0.02	0.13	0.01	0.01	やや不安定
175	17.53	Ti, Nb	36.94	19.42	25.36	0.52	0.03	0.14	0.04	0.02	やや不安定
176	33.59	Ti, Nb	35.40	12.41	18.23	0.16	0.07	0.10	0.03	0.01	やや不安定
177	43.97	Ti, Nb	45.16	6.49	3.82	0.24	0.01	0.28	0.01	0.02	やや不安定
178	25.36	Ti, Nb	43.73	14.72	15.73	0.30	0.03	0.06	0.07	0.01	やや不安定
179	13.75	Ti, Nb	52.71	17.41	15.64	0.28	0.02	0.13	0.02	0.04	やや不安定
180	29.16	Ti, Ta	52.26	9.28	9.09	0.10	0.04	0.03	0.03	0.02	安定
181	28.03	Ti, Ta	46.27	12.74	12.48	0.25	0.01	0.17	0.04	0.01	安定
182	59.71	Ti, Ta	32.68	0.00	6.65	0.66	0.03	0.18	0.03	0.06	やや不安定
183	59.80	Ti, Ta	32.73	6.79	0.00	0.27	0.04	0.22	0.08	0.07	やや不安定

\*…多元素添加時の各元素の原子比はM元素添加量の等分

【0098】表14より、No. 165、167～173、180および181は、酸素、水素、塩素、銅およびマグネシウムのすべての不純物の含有量が本発明の要件を満足するものであることから、放電状態が良好となっていることが分かる。これに対し、No. 166、174および175では酸素含有量、No. 176では水素含有量、No. 177では塩素含有量、No. 178では銅含有量、No. 179ではマグネシウム含有量、No. 182では酸素およびマグネシウムの含有量、No. 183では、塩素、銅およびマグネシウムの含有量が本発明で好ましいとする規定範囲を超えている。この結果より、成膜時の放電状態を良好にして効率よく本発明の切削工具用硬質皮膜を得るには、ターゲット中の不純物（酸素、水素、塩素、銅およびマグネシウム）の含有量を本発明の規定範囲内とすることが好ましいことが分かる。

【0099】

【発明の効果】本発明は以上の様に構成されており、従来のTiAlNにCr、V、またはM元素として、Ti、Nb、W、TaおよびMoよりなる群から選択され

る少なくとも1種を添加し、かつこれらの成分組成を本発明の如く制御することによって、従来の切削工具用硬質皮膜よりも耐摩耗性に優れた硬質皮膜を得ることができた。こうした硬質皮膜の実現によって、高速切削や焼き入れ鋼など高硬度鋼の切削に用いることのできる長寿命の切削工具を供給できることとなった。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施に使用するアークイオンプレーティング(AIP)装置の一例を示した概略図である。

【図2】本発明の実施に供するアーク式蒸発源要部の一例を拡大した断面概略図である。

【図3】本発明の実施に供する別のアーク式蒸発源要部を拡大した断面概略図である。

【図4】従来の本発明の実施に供するアーク式蒸発源要部の一例を拡大した断面概略図である。

【図5】成膜した(Ti<sub>0.1</sub>Al<sub>0.7</sub>Cr<sub>0.1</sub>V<sub>0.1</sub>)N膜の表面電子顕微鏡写真を示したものであり、(1)は本発明者らの蒸発源、(2)は従来の蒸発源を用いて成膜した結果を示す。

【図6】一例として(Ti<sub>0.1</sub>Al<sub>0.7</sub>Cr<sub>0.1</sub>V<sub>0.1</sub>)N

皮膜を成膜した場合の基板温度と皮膜の残留応力との関係を示したグラフである。

【図 7】(Al, Cr, V) N膜における金属成分 Al、Cr および V の組成図にて本発明範囲と実施例を示したものである。

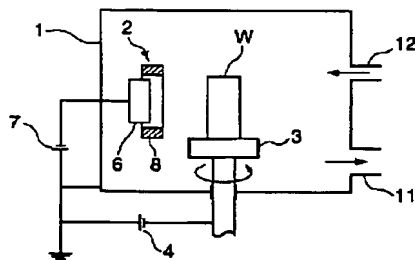
【図 8】(M, Al, Cr, V) N膜における金属成分 M、Al、Cr および V の組成図にて本発明範囲と実施例を示したものである。

【図 9】(Ti, Al, Cr, V) N膜における金属成分 Ti、Al、Cr および V の組成図にて本発明範囲と実施例を示したものである。

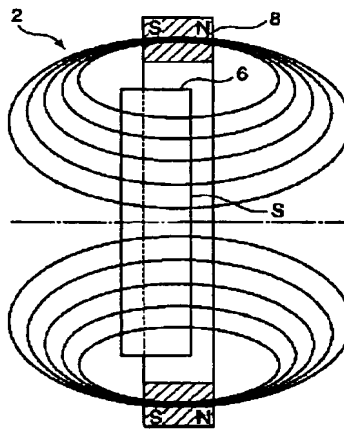
【符号の説明】

- 1 真空容器
- 2、2A アーク式蒸発源
- 3 支持台
- 4 バイアス電源
- 6 ターゲット
- 7 アーク電源
- 8 磁石 (磁界形成手段)
- 9 電磁石 (磁界形成手段)
- 11 排気口
- 12 ガス供給口
- W 被処理体
- S ターゲットの蒸発面

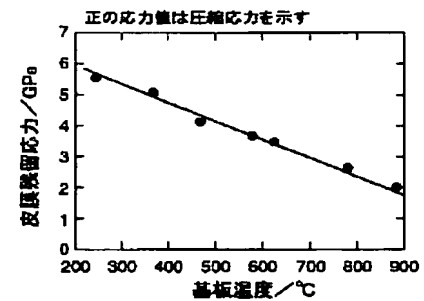
【図 1】



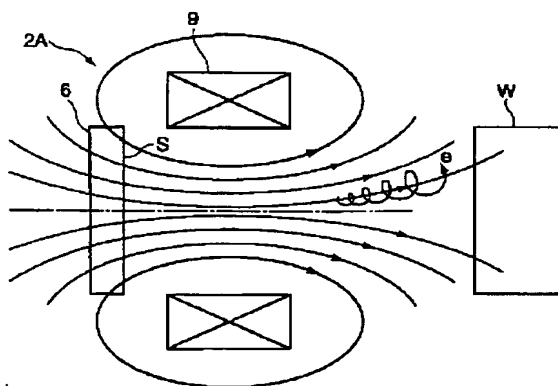
【図 2】



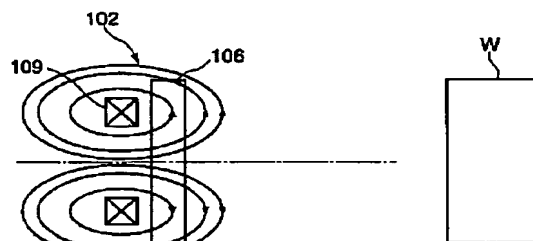
【図 6】



【図 3】



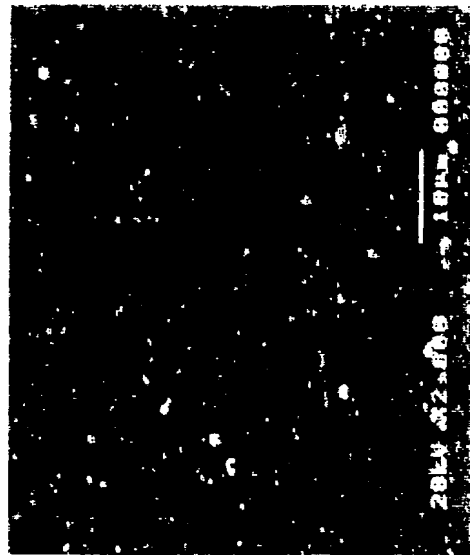
【図 4】



【図 5】

 $Ra = 0.16 \mu m$ 

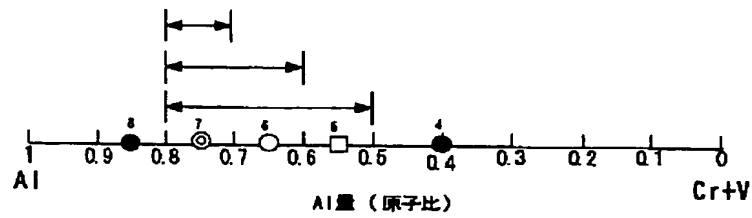

(2) 従来蒸発源で形成した皮膜

 $Ra = 0.1 \mu m$ 


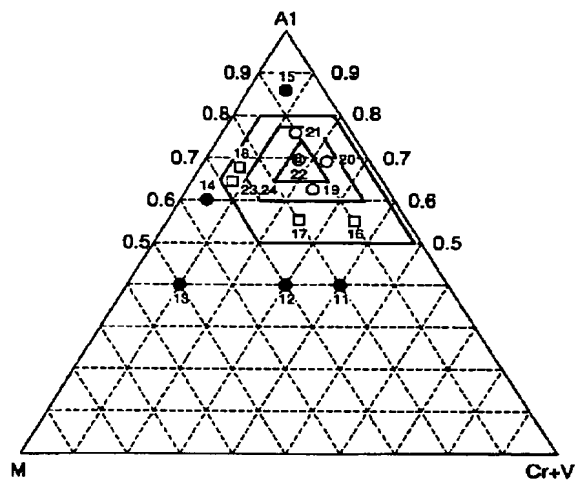
(1) 本発明の蒸発源で形成した皮膜

BEST AVAILABLE COPY

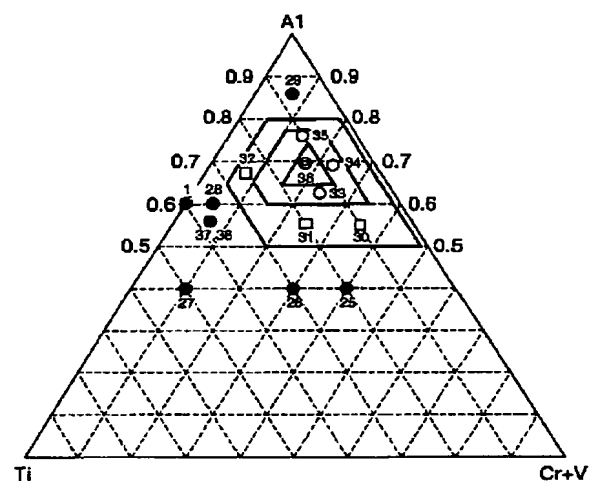
【図 7】



【図 8】



【図 9】



フロントページの続き

Fターム(参考) 3C046 FF11 FF16 FF19 FF24  
4K029 AA02 AA04 BA54 BB07 BD05  
CA04 DD06 EA03 EA08